



**INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**ESTUDO *IN VITRO* DA RESISTÊNCIA ADESIVA NA DENTINA  
DE SISTEMAS ADESIVOS *MULTI-MODE* VARIANDO A  
ESTRATÉGIA DE CONDICIONAMENTO**

Trabalho submetido por  
**Rúben Miguel Guerreiro**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

**setembro de 2013**





**INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**ESTUDO *IN VITRO* DA RESISTÊNCIA ADESIVA NA DENTINA  
DE SISTEMAS ADESIVOS *MULTI-MODE* VARIANDO A  
ESTRATÉGIA DE CONDICIONAMENTO**

Trabalho submetido por  
**Rúben Miguel Guerreiro**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por  
**Prof. Doutor Paulo Maurício**

**setembro de 2013**



## **Agradecimentos**

Mentiria se afirmasse que cheguei aqui só pelo meu esforço individual. A vontade de superar este desafio foi a ponte que percorri ao longo destes cinco anos. Os que me apoiaram foram os seus pilares, sendo todos eles indispensáveis para o meu sucesso. Aqui agradeço-lhes simbolicamente.

Ao Professor Doutor Paulo Maurício que foi incansável como orientador, apoiando-me em todos os momentos críticos. Nele concentra-se uma preocupação extrema com os seus alunos e um incrível espírito académico;

Ao Professor Doutor Mário Polido e Professor Doutor Luís Proença, pois criaram condições que me permitiram levar para a frente este trabalho laboratorial, bem como à 3M e à Voco que prontamente disponibilizaram todo material necessário;

Aos meus amigos que nunca desistiram de me desencaminhar. Só assim foi possível viver decentemente esta vida académica. As velhas aventuras vão ser contadas e trataremos de criar novas lendas. Levo-vos na memória e no coração;

Aos mesmos que me desencaminharam que, quando chegou a hora, souberam me encaminhar;

À Sara, porque é fundamental para mim em tudo;

À minha Família, pelos valores transmitidos;

Aos meus Pais, porque me tornaram indiscutivelmente o rapaz mais sortudo do mundo;

Aos que me viram iniciar esta aventura mas que infelizmente não puderam ver o seu fim.

A todos, um sincero **Obrigado!**

## Resumo

**OBJETIVO:** Avaliar a resistência adesiva *in vitro* na dentina de dois sistemas adesivos *multi-mode* usando a técnica auto-condicionante e a estratégia de condicionamento ácido total.

**MATERIAIS E MÉTODOS:** Vinte e quatro molares humanos hígidos foram divididos aleatoriamente por 4 grupos experimentais: SBU-ER – Aplicação de *Scotchbond™ Universal Adhesive* (3M ESPE) em dentina, segundo o protocolo de condicionamento ácido total; SBU-SE - Aplicação de *Scotchbond™ Universal Adhesive* (3M ESPE) em dentina, segundo o protocolo auto-condicionante; FB-ER - Aplicação de *Futurabond® U* (VOCO GmbH) em dentina, segundo o protocolo de condicionamento ácido total; FB-SE - Aplicação de *Futurabond® U* (VOCO GmbH) em dentina, segundo o protocolo de auto condicionamento. As coroas anteriormente seccionadas foram restauradas com 3 incrementos de 2mm de resina composta híbrida *Filtek™ Z250*, cor A2 (3M ESPE). Uma lâmina diamantada a baixa velocidade sob irrigação seccionou as amostras experimentais no sentido x e y. Os palitos obtidos foram testados numa máquina de testes universal a uma velocidade de 1mm/min. A análise estatística foi feita recorrendo ao teste de Kruskal-Wallis para  $p < 0,05$ .

**RESULTADOS:** A média das forças de adesão foi a seguinte: SBU-ER – 29,8(15,7) MPa; SBU-SE – 26,5(16,3) MPa; FB-ER – 23,9(13,6) MPa; FB-SE – 13,5(7,2) MPa.

**CONCLUSÃO:** Não foram encontradas diferenças nas forças de adesão entre os quatro grupos de trabalho. A capacidade de adesão dos novos sistemas adesivos *multi-mode* na dentina não variou independentemente da técnica de condicionamento aplicada.

**PALAVRAS-CHAVE:** Adesão; Dentina; Auto-condicionante; Ácido-total.

## **Abstract**

**OBJECTIVE:** Evaluate in vitro bonding resistance of two multi-mode adhesive systems, in dentin, applying the self-etch technique and the total-etch technique.

**MATERIALS AND METHODS:** Twenty four third human molars, cavity free, were randomly divided into four experimental groups: SBU-ER – Application of Scotchbond™ Universal Adhesive (3M ESPE) in dentin, following the etch-and-rinse protocol; SBU-SE - Application of Scotchbond™ Universal Adhesive (3M ESPE) in dentin, following the self-etch protocol; FB-ER - Application of Futurabond® U (VOCO GmbH) in dentin, following the etch-and-rinse protocol; FB-SE - Application of Futurabond® U (VOCO GmbH) in dentin, following the self-etch protocol. Previously sectioned teeth crowns teeth were restored with a hybrid composite resin Filtek™ Z250, shade A2, (3M ESPE) and light-cured in 3 layers of 2 mm each. . The samples were cut under tap water, with a diamond blade on low speed in the X and Y directions. The sticks obtained were tested in a universal test machine at a speed of 1mm/min. The analysis were made with Kruskal-Wallis test for  $p < 0,05$ .

**RESULTS:** The adhesive mean forces were the following: SBU-ER – 29,8(15,7) MPa; SBU-SE – 26,5(16,3) MPa; FB-ER – 23,9(13,6) MPa; FB-SE – 13,5(7,2) MPa.

**CONCLUSIONS:** There were no differences in adhesion forces between the four experimental groups. The adhesive capacity of the new multi-mode adhesive systems did not have any differences, when applied in dentin, regardless the etching technique used.

**KEY WORDS:** Adhesion; dentin; self-etch; etch-and-rinse.

## ÍNDICE GERAL

<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>12</b>
<b>Conceito de adesão .....</b>	<b>12</b>
<b>Adesão às estruturas dentárias.....</b>	<b>13</b>
<b>Adesão à dentina – o desafio.....</b>	<b>14</b>
<b>Alterações Morfológicas.....</b>	<b>14</b>
<b>Humidade .....</b>	<b>15</b>
<i>Smear Layer</i> .....	16
<b>Sistemas adesivos .....</b>	<b>18</b>
<b>Condicionamento da superfície .....</b>	<b>18</b>
<b>Camada Híbrida .....</b>	<b>20</b>
<b>Classificação dos sistemas adesivos.....</b>	<b>20</b>
<i>Total etch/etch&amp;rinse</i> ou condicionamento ácido total .....	21
<i>Self-Etch</i> ou autocondicionantes .....	22
<b>Norma ISO/TS 11405 .....</b>	<b>24</b>
<b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>25</b>
<b>Objetivo .....</b>	<b>25</b>
<b>Hipóteses Experimentais.....</b>	<b>25</b>
<b>Amostra .....</b>	<b>26</b>
<b>Preparação da amostra .....</b>	<b>26</b>
<b>Distribuição das amostras.....</b>	<b>27</b>
<b>Preparo cavitário e restauração .....</b>	<b>31</b>
<b>Preparo de Palitos.....</b>	<b>34</b>
<b>Resistência Adesiva à Microtração .....</b>	<b>36</b>
<b>RESULTADOS .....</b>	<b>41</b>
<b>Análise estatística.....</b>	<b>41</b>
<b>Tipos de fratura .....</b>	<b>45</b>



<b>DISCUSSÃO .....</b>	<b>48</b>
<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>52</b>
<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>53</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> – Esquema representativo de <i>smear layer</i> e <i>smear plug</i> .....	17
<b>Figura 2</b> – Microscopia eletrónica de varrimento mostrando <i>smear plug</i> (SP) a bloquear a entrada de um tubúlo dentinário .....	17
<b>Figura 3</b> – Microscopia eletrónica de varrimento revelando fibras de colagénio expostas em dentina previamente condicionada.....	19
<b>Figura 4</b> – Esquema representativo da adesão à dentina usando um sistema adesivo através da técnica de condicionamento ácido total.....	22
<b>Figura 5</b> – Esquema representativo da adesão á dentina usando um primer auto-condicionante.....	23
<b>Figura 6</b> – Molares higidos humanos, já higienizados e prontos a serem armazenados. ....	26
<b>Figura 7</b> – Esquema representativo da distribuição da amostra pelos 4 grupos diferentes. ....	27
<b>Figura 8</b> - Dente colado no dispositivo fixador com as duas linhas de orientação desenhadas. ....	31
<b>Figura 9</b> – Micrómetro de tecidos duros a efectuar os cortes paralelos ao plano oclusal na amostra.....	32
<b>Figura 10</b> – Dentina média exposta após corte no micrómetro. ....	32
<b>Figura 11</b> – Polidora (LaboForce-1, Struers, Dinamarca).....	33
<b>Figura 12</b> – Criação da <i>smear layer</i> padronizada. ....	33
<b>Figura 13</b> – Medição da altura de resina composta pretendina na restauração. ....	34
<b>Figura 14</b> – Estufa que armazenou as amostras.....	34
<b>Figura 15</b> – Micrótomos de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca).. ....	35
<b>Figura 16</b> – Dente colado no dispositivo fixador com o quadrado desenhado na face oclusal.....	35
<b>Figura 17</b> – Dente cortado no sentido X e Y. ....	36
<b>Figura 18</b> – Palitos resultantes do dente cortado. ....	36
<b>Figura 19</b> – Medição dos lados da interface.....	36
<b>Figura 20</b> – Palitos colados nos jigs. ....	37
<b>Figura 21</b> – Máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS,Tóquio, Japão) .....	37
<b>Figura 22</b> – Máquina de testes universal a traccionar um palito. ....	38

<b>Figura 23</b> – Palito traccionado.....	38
<b>Figura 24</b> – Microscópio Ótico (Leica ATC2000, Leica Microsystems, Buffalo, EUA). .....	39
<b>Figura 25</b> - Fratura adesiva.....	39
<b>Figura 26</b> - Fratura coesiva.....	39
<b>Figura 27</b> - Fratura mista. ....	40
<b>Figura 28</b> – Força (Mpa) de cada crupo. ....	43
<b>Figura 29</b> - Forças médias calculadas por grupo .....	44
<b>Figura 30</b> – Percentagem de fraturas no grupo FB-ER (n=96) .....	46
<b>Figura 31</b> – Percentagem de fraturas no grupo FB-SE (n=96).....	46
<b>Figura 32</b> – Percentagem de fraturas no grupo SBU-ER (n=96) .....	47
<b>Figura 33</b> – Percentagem de fraturas no grupo SBU-SE (n=96).....	47

## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> - <i>Scotchbond™ Universal Adhesive</i> : fabricante, composição química e respectivas instruções de utilização para restaurações diretas de acordo com o fabricante. ....	28
<b>Tabela 2</b> - <i>Futurabond® U Adhesive</i> : fabricante, composição química e respectivas instruções de utilização para restaurações diretas de acordo com o fabricante.....	29
<b>Tabela 3</b> - <i>Filtek™ Z250</i> : fabricante, composição química e respectivas instruções de utilização para restaurações directas de acordo com o fabricante. ....	30
<b>Tabela 4</b> - <i>Scotchbond™ Universal Etchant</i> : composição química, fabricante e respectivas instruções de utilização.....	30
<b>Tabela 5</b> – Testes de Normalidade .....	41
<b>Tabela 6</b> – Teste Kruskal-Wallis: “Rank” médio .....	42
<b>Tabela 7</b> – Teste Kruskal-Wallis: estatística. ....	42
<b>Tabela 8</b> – Amplitude das forças. ....	45
<b>Tabela 9</b> - Média, desvio padrão, margem de erro e intervalos de confiança. ....	45

## **LISTA DE ABREVIATURAS**

**10-MDP** - 10-metacrilóiloxidecil dihidrogénio fosfato;

**Bis-GMA** - 2,2bis[4-(2-hidroxi-3-metacrilóiloxipropoxi)fenil]propano;

**BisEMA6** - bisfenol A polietileno glicol dieter dimetacrilato;

**CQ** - canforoquinona;

**HAp** – hidroxiapatite;

**HEMA** - 2-hidroxietil metacrilato;

**TEGDMA** - trietilenoglicol dimetacrilato;

**UDMA** - dimetacrilato de uretano;

**Seg** – segundos;

**MPa** – megapascal;

**E&R** – Etch-and-Rinse;

**JAD** – junção amelo-dentinária.

## **INTRODUÇÃO**

Os sistemas adesivos tornaram-se materiais imprescindíveis em variadas situações da prática clínica da Medicina Dentária permitindo a união do material restaurador às superfícies dentárias (Torii *et al*, 2002).

Graças aos sistemas adesivos, a Dentisteria Restauradora tem vindo a sofrer um processo evolutivo nas técnicas conservadoras da estrutura dentária, em que se reduz ao máximo o desgaste dos tecidos mineralizados hígidos (Laxe *et al*, 2007), surgindo uma menor dependência da retenção macromecânica e uma menor remoção de esmalte não suportado (Kakar, Goswami & Kanase, 2011).

A durabilidade e estabilidade da interface resina-adesivo na dentina continua a ser questionada uma vez que quando esta apresenta falhas poderão surgir descolorações e desadaptações marginais, assim como perda da retenção da restauração (Breschi *et al*, 2007). Com base em atingir eficiência, comodidade e rapidez, nos últimos anos, tem-se assistido a uma tentativa de simplificar cada vez mais o procedimento adesivo (Ikemura, Endo & Kadoma, 2012).

### **Conceito de adesão**

Adesão é definida pela *American Society for Testing and Materials* como “o estado no qual duas superfícies são mantidas juntas por forças interfaciais que podem ser forças de valência (adesão química), forças de bloqueio (adesão mecânica) ou uma combinação de ambas” (Perdigão, Swift & Walter, 2002b).

O adesivo proporciona a adesão e é o material colocado num substrato que toma o nome de aderente (Ralph Rawls, Teixeira & Wang, 2013). A união entre dois sólidos necessita de uma camada de adesivo entre ambos que irá preencher as irregularidades entre eles, permitindo desta forma a união (Blunck, 2000).

Na Dentisteria, o aderente é o esmalte ou dentina, onde o adesivo é aplicado (Perdigão 2007) sendo este um material usualmente fluido e viscoso, que junta dois substratos ao solidificar e promove uma troca de energias entre as duas superfícies. (Perdigão, Swift & Walter, 2002b).

Uma ótima adesão é promovida por um contacto íntimo entre o adesivo e o aderente (Perdigão *et al*, 2002a). Para que tal seja alcançado, a tensão superficial do adesivo deve ser sempre menor que a energia de superfície do substrato, tornando o ângulo de contacto próximo de zero e favorecendo a molhabilidade, ou seja, a capacidade que um substrato apresenta para interagir com líquido e estabelecer um contacto íntimo entre eles (Perdigão & Ritter 2001).

As fraturas inerentes ao mecanismo adesivo são classificadas como adesivas, coesivas ou mistas. Quando a falha ocorre na interface entre os dois substratos, denomina-se adesiva. São coesivas se ocorrem num dos dois substratos, mas não na interface. Por fim, podem ser mistas quando existe resina composta e dentina na interface (Van Meerbeek *et al*, 2006).

## **Adesão às estruturas dentárias**

A união entre materiais resinosos e o dente é o resultado de quatro possíveis mecanismos:

- Mecânico: ocorre penetração da resina e formação de *resin tags*, (prolongamentos de resina) no interior da superfície do dente;
- Adsorção: existe adesão química ao componente inorgânico (hidroxiapatite) ou ao componente orgânico, sobretudo colagénio tipo I, da superfície dentária;
- Difusão: ocorre precipitação de substâncias na superfície dentária, onde os monómeros de resina podem aderir mecânica e quimicamente;
- Combinação dos três mecanismos interiores (Perdigão, Swift & Walter, 2002b).

O princípio fundamental da adesão a um substrato dentário é baseado num processo de troca no qual matéria inorgânica é substituída por monómeros de resina (Van Meerbeek *et al*, 2003).

A força adesiva resultante é maioritariamente devida à retenção mecânica oferecida pela superfície do substrato (Pashley & Carvalho, 1997).

## **Adesão à dentina – o desafio**

Atualmente, a Dentisteria Restauradora adesiva baseia-se fundamentalmente na estreita interação entre polímeros sintéticos e a complexa rede de moléculas que constituem a matriz orgânica do dente (Bertassoni *et al*, 2012).

A adesão ao substrato dentinário tem vindo a revelar ser um processo mais difícil e menos previsível, quando confrontada com a adesão a esmalte (Swift, Perdigão & Heymann, 1995).

Os adesivos interagem com a dentina de forma mecânica, química ou ambas (Van Meerbeek *et al*, 1998). A adesão dentinária assenta primariamente na penetração de monómeros adesivos na rede de fibras de colagénio já exposta pelo condicionamento ácido (Perdigão, Swift & Walter, 2002b), criando retenções micromecânicas entre os monómeros de resina e os componentes da dentina, denominando-se esta zona de camada híbrida ou zona de interdifusão (Perdigão 2010).

Contudo, em materiais adesivos que não requerem um prévio condicionamento ácido da superfície como os cimentos de ionómero de vidro e alguns sistemas adesivos *self-etch* com um grupo fosfato ou policarboxilato, a união química entre os seus monómeros e a HAp tem mostrado ser uma das partes fundamentais do mecanismo adesivo (Perdigão, Swift & Walter, 2002b).

## **Alterações Morfológicas**

A dentina é constituída aproximadamente por 50% de matéria inorgânica sob a forma de cristais de hidroxiapatite, 30% de matéria orgânica (principalmente colagénio tipo I) e cerca de 20% de fluido dentinário, fazendo dela um tecido mais húmido e mais orgânico que o esmalte. Outros tipos de colagénio (III, IV e VI), proteínas não colagénicas e proteoglicanos também estão presentes mas em menor quantidade (Love & Jenkinson, 2002).

Esta natureza da dentina dificulta a união, tornando-se um verdadeiro desafio para os clínicos (Marshall *et al*, 1997; Perdigão 2007).

Diferentes tipos de dentina podem surgir pela ação de estímulos fisiológicos e/ou patológicos. As diferentes formas de dentina revelam alterações marcantes a níveis



químicos e de organização molecular da sua estrutura interna. Estas modificações tornam-se importantes no processo adesivo pois podem comprometer a capacidade de promover uma adesão de longa duração (Marshall *et al*, 1997).

## **Humidade**

A dentina possui uma vasta e densa rede de túbulos que se estendem desde a câmara pulpar até à junção amelo-dentinária (JAD) ou à junção cimento-dentinária (JCD) (Marshall *et al*, 1997).

Estes túbulos dentinários são percorridos por fibras nervosas não mielinizadas e pelos prolongamentos celulares dos odontoblastos, sendo que ambos se encontram imbuídos pelo fluido dentinário (Min Lin *et al*, 2011).

A composição relativa do fluido dentinário assemelha-se ao plasma sanguíneo, contendo proteínas como a albumina e imunoglobinas G (Goldberg *et al*, 2012). A presença deste fluido no substrato dentinário evita o colapso das fibras de colagénio (Carrilo, 2006).

Cada túbulo é rodeado por uma camada de dentina hipermineralizada chamada de dentina peritubular. A dentina intertubular separa os túbulos e constitui uma matriz onde a matéria orgânica está mais concentrada (Bertassoni *et al*, 2012).

À medida que nos aproximamos da câmara pulpar, a área relativa ocupada pelos túbulos dentinários aumenta progressivamente, existindo cerca de 45,000/mm<sup>2</sup> perto dela e 20,000/mm<sup>2</sup> na zona da JAD (Swift, Perdigão & Heymann, 1995).

Estudos comprovam que a área ocupada pelo lúmen dos túbulos na JAD representa entre 1 a 4% na sua superfície e entre 22 a 28% perto do espaço pulpar (Pashley, 1996).

O movimento do fluido nos túbulos, gerado pela pressão pulpar exercida, torna a dentina um tecido constantemente humedecido (Perdigão, Swift & Walter, 2002b), sendo necessária uma técnica húmida de adesão onde são usadas formulações cada vez mais hidrofílicas para possibilitar a retenção da resina composta ao substrato dentinário (Kanca 1992).

Como a dentina superficial apresenta menor densidade tubular, a maior parte da adesão é conferida pela infiltração de resina no espaço intertubular. Acrescentando uma menor humidade nessa área, os resultados adesivos tendem a ser melhores na dentina superficial (Perdigão 2010).

Por possuir um maior número de túbulos, uma larga fração da adesão à dentina profunda será levada a cabo pela penetração de resina nestes, gerando uma retenção e um selamento. A dificuldade está em conseguir fazer penetrar a resina na região peritubular impregnada de fluido dentinário sob pressão (Pashley & Carvalho, 1997).

### ***Smear Layer***

Quando um dente é preparado com uma broca ou outro instrumento acumulam-se resíduos na sua superfície, formando uma fina camada denominada como *smear layer*.

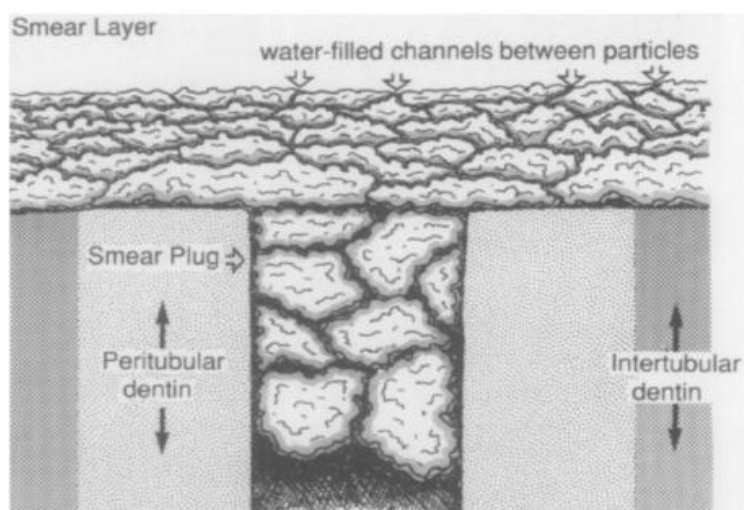
A composição da *smear layer* são essencialmente cristais de HAp e resíduos de colagénio cuja superfície externa se encontra desnaturada. A *smear layer* é porosa e permeável, possuindo micro canais que permitem a passagem de fluido dentinário (Perdigão 2007).

Pashley (1992) refere que em alguns casos, a presença da *smear layer* pode reduzir e até anular esse fluxo de fluido.

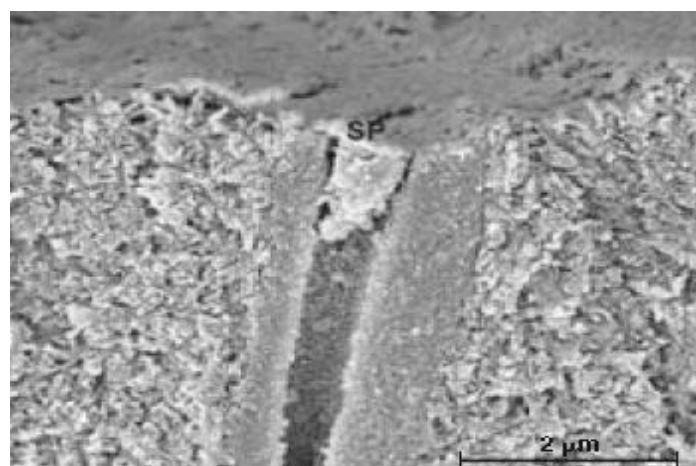
A *smear layer* que obstrui os orifícios dos túbulos dentinários forma estruturas denominadas de *smear plugs* (Eick *et al*, 1991).

Estes possuem uma espessura superior à própria *smear layer*, prolongando-se para o interior dos túbulos dentinários (Pashley, 1992).

A *smear layer* pode diminuir a permeabilidade da dentina até 86% constituindo uma barreira física à adesão. Esta tem de ser dissolvida ou tornada permeável para que os monómeros adesivos contactem com a superfície da dentina diretamente (Perdigão 2010; Perdigão 2007).



**Figura 1** – Esquema representativo de *smear layer* e *smear plug* (adaptada de Pashley e Carvalho, 1997)



**Figura 2** – Microscopia eletrônica de varrimento mostrando *smear plug* (SP) a bloquear a entrada de um tubúlo dentinário (adaptado de Perdigão *et al*, 2002b)

## **Sistemas adesivos**

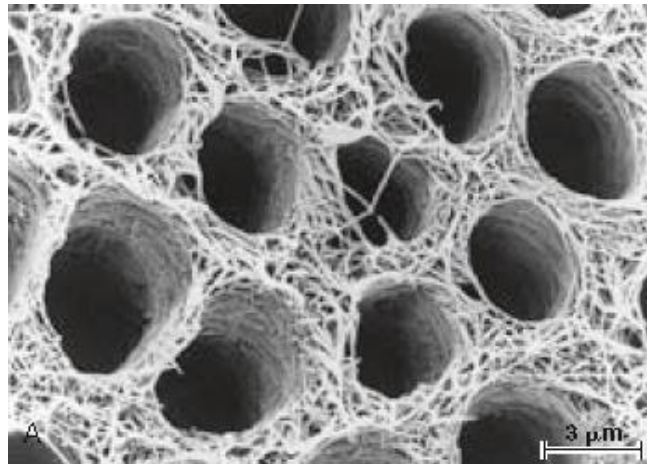
### **Condicionamento da superfície**

Quando a estrutura dentária é preparada por instrumentação manual ou mecânica, a sua superfície fica coberta pela *smear layer*, sendo esta considerada um impedimento para a adesão (Sattabanasuk *et al*, 2007).

Os primeiros agentes adesivos eram aplicados diretamente na *smear layer* e o resultado deste processo era uma força de adesão baixa, uma vez que os componentes adesivos estavam impossibilitados de penetrar eficazmente a dentina (Pashley & Carvalho, 1997).

Assim sendo, as únicas duas opções para aumentar as forças do adesivo à dentina seriam a remoção da *smear layer* ou o desenvolvimento de componentes que penetrassem através da *smear layer* até à matriz dentinária por ela coberta, de forma a que o sistema adesivo pudesse interagir diretamente com o substrato (Pashley & Carvalho, 1997; Perdigão, Swift & Walter, 2002b).

Buonocore, à data de 1955, foi pioneiro nas técnicas adesivas, tendo aplicado ácido fosfórico em esmalte na esperança de aumentar microscopicamente a área de superfície para potenciar a retenção do material resinoso. Observações microscópicas mais minuciosas a esta técnica vieram a concluir mais que isso: a resina penetrava nas porosidades criadas pelo ácido nos prismas de esmalte, mas também envolvia os cristais de hidroxiapatite, criando uma nova estrutura dentária e permitindo ao termo "camada híbrida" vir a ganhar contexto num futuro próximo (Pashley *et al*, 2011). Quando o condicionamento da superfície dentária foi introduzido em 1955, o protocolo recomendado era a aplicação de ácido fosfórico a 85% durante 30 segundos (Perdigão, Swift & Walter, 2002b).



**Figura 3** – Microscopia eletrônica de varrimento revelando fibras de colágeno expostas em dentina previamente condicionada (adaptado de Perdigão *et al*, 2002b).

Após esta indicação, variadas concentrações de ácido fosfórico foram testadas. Em 1974 Silverstone alegou que concentrações entre 30 e 40% (frequentemente de 37%) levam a uma superfície mais retentiva no esmalte. Soluções com concentrações superiores de ácido tendem a dissolver menos cálcio e o resultado são microporosidades pouco profundas (Swift, Perdigão & Heymann, 1995).

A redução do tempo de aplicação do condicionante de trinta para quinze segundos foi também sugerida após vários estudos e assenta em três vantagens:

- 1- O condicionamento ácido leva a uma perda superficial de tecido dentário. Aplicando ácido por um menor período de tempo teremos também uma menor dissolução de estrutura dentária;

- 2- Na dentina, o tempo de exposição ao ácido não deve ser superior a quinze segundos, enquanto que no esmalte este período de tempo é já considerado suficiente para criar microporosidades retentivas na sua superfície;

- 3- Uma aplicação de ácido por um período de tempo mais curto sugere também um procedimento clínico mais rápido (Lopes *et al*, 2007).

Testes laboratoriais mostram que as forças de cisalhamento e a microinfiltração marginal é semelhante num condicionamento durante quinze segundos ou durante sessenta segundos. Estudos clínicos mostraram também que o selamento adesivo não é afetado por um período de condicionamento mais reduzido (Swift, Perdigão & Heymann, 1995).

## **Camada Híbrida**

Inicialmente sugerida em 1952 por McLean e Kramer, só foi definida como camada híbrida anos mais tarde por Nakabayashi, Kojima e Masuhara (1982).

A infiltração dos monómeros de resina nas fibras de colagénio expostas permite a formação de uma camada híbrida com prolongamentos de resina (*resin tags*) e ramos laterais de adesivo, conferindo uma retenção micromecânica entre o substrato desmineralizado e a resina que é a chave para uma eficiente adesão à dentina (Albaladejo *et al*, 2010; Sano *et al*, 1995).

## **Classificação dos sistemas adesivos**

A vasta quantidade de fórmulas e apresentações dos adesivos comercializados levaram a que estes fossem inicialmente classificados pela sua composição e ordem cronológica de introdução, designando-os por gerações (Nakornchai *et al*, 2005).

Devido à importância da camada de *smear layer* no processo da adesão, surgiu uma enorme revolução nos adesivos dentários (Alex, 2012), tanto que atualmente os sistemas adesivos são classificados pela forma como interagem com a *smear layer* e pelo número de etapas da sua aplicação (Brechi *et al*, 2008).

Por esta classificação surgem 2 estratégias adesivas e 4 tipos de adesivos:

1-Sistemas adesivos *etch-and-rinse* (ou condicionamento ácido total) que incluem uma aplicação inicial em separado de ácido fosfórico.

- a. Adesivos *etch&rinse* de três passos (ácido+primer+bond)
- b. Adesivos *etch&rinse* de dois passos (ácido+primer/bond)

2-Sistemas adesivos *self-etch* (ou auto-condicionantes) que não possuem uma aplicação inicial em separado de ácido fosfórico.

- a. Adesivos *self-etch* de dois passos (primer ácido + bond)
- b. Adesivos *self-etch* de uma única etapa (uma solução ou *all-in-one*)

(Perdigão 2010)

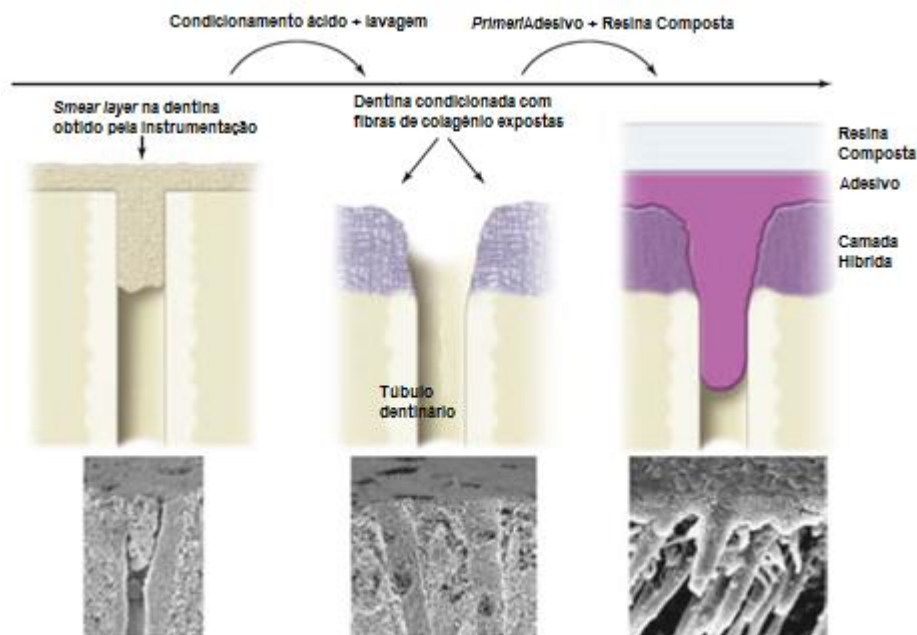
**Total etch/etch&rinse ou condicionamento ácido total**

Conceito proposto por Fusayama e colaboradores (1979), onde apresentaram a técnica de condicionamento ácido total *in vivo*, aplicando ácido fosfórico a 37% de forma a condicionar esmalte e dentina.

Nesta abordagem, o esmalte e a dentina são simultaneamente condicionados pelo mesmo ácido, estando preconizado o uso de ácido fosfórico com uma concentração entre 30-40% durante quinze segundos (Swift, Perdigão & Heymann, 1995). O condicionamento remove a *smear layer*, desmineraliza a dentina inter e peritubular e abre os túbulos dentinários pela remoção dos *smears plugs*, aumentando desta forma a permeabilidade do substrato (Ikeda *et al*, 2009; Perdigão, 2007).

Inicialmente era recomendado secar vigorosamente o substrato dentário após o condicionamento. Estas recomendações alteraram-se com a introdução no mercado dos sistemas adesivos mais recentes. Secar em excesso a dentina leva ao colapso das fibras de colagénio, impedindo uma adequada penetração do *primer* (Perdigão, Carmo & Geraldeli, 2005).

Este consiste numa solução de monómeros em solventes orgânicos (geralmente água e acetona) e tem como função restaurar a energia de superfície perdida pela remoção dos cristais de HAp dentinários e facilitar a penetração dos monómeros resinoso nas microporosidades intertubulares, infiltrando-os na rede de colagénio exposta (Perdigão & Ritter, 2001; Perdigão, 2007). Estes monómeros são polimerizados *in situ* e formam *resin tags* que conferem uma retenção micromecânica essencial para o processo adesivo na dentina (Perdigão & Ritter, 2001).



**Figura 4** – Esquema representativo da adesão à dentina usando um sistema adesivo através da técnica de condicionamento ácido total (adaptado de Perdigão *et al*, 2002b).

### ***Self-Etch* ou autocondicionantes**

Sistemas adesivos *self-etch* não requerem uma etapa inicial de condicionamento ácido. Têm incorporados *primers* acídicos, dissolvidos numa solução aquosa que simultaneamente condicionam o substrato e penetram na *smear layer*, introduzindo a possibilidade de a incorporar na camada híbrida (Van Meerbeek *et al*, 2011; Tay *et al*, 2000).

Como não é necessário condicionar e posteriormente lavar o substrato, esta técnica torna-se mais simples, reduzindo o tempo clínico da restauração (Peumans *et al*, 2005).

Secar em demasia a dentina ou deixá-la muito húmida levaria a uma baixa infiltração do adesivo na malha de colagénio e consequentemente a uma camada híbrida enfraquecida (Finger & Tani, 2005).

Sendo um procedimento mais “confortável” para o clínico, a probabilidade de ocorrerem erros diminui (Silva e Souza Hunior *et al*, 2010).

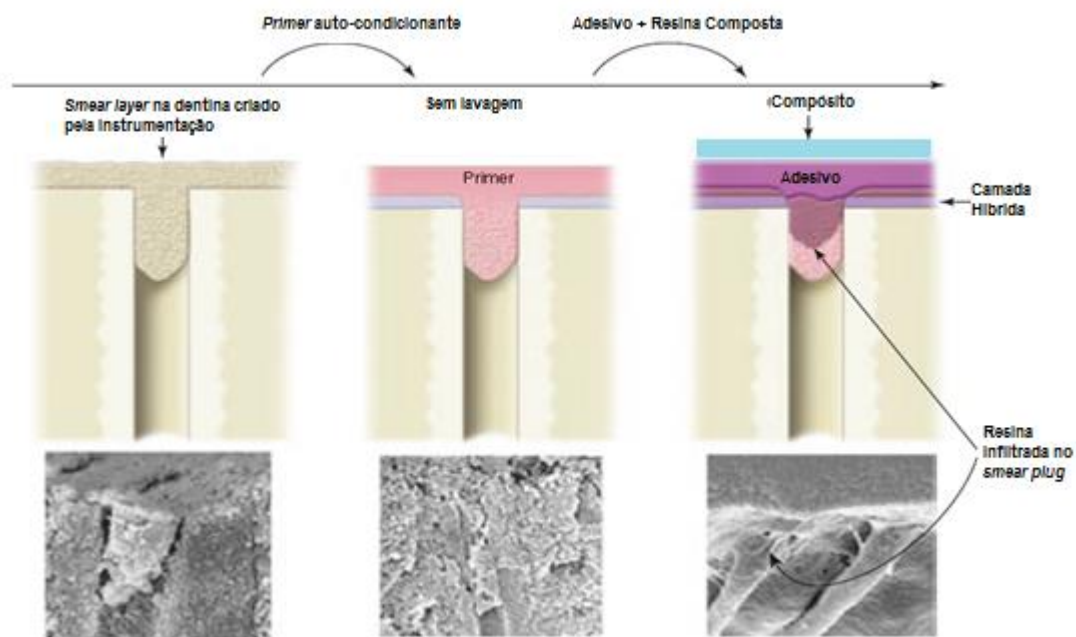
A profundidade de condicionamento induzida pelos sistemas *self-etch* é por norma inferior à dos sistemas *E&R* uma vez que o ácido fosfórico usado nos sistemas de condicionamento total é notoriamente mais agressivo (Mendonza *et al*, 2008). Esta



interação mais superficial dos primers acídicos com a dentina tem vindo a revelar uma menor incidência de sensibilidade pós operatória por parte dos pacientes (Van Meerbeek *et al* 2011).

Os sistemas adesivos *self-etch* podem ser diferenciados pelos valor do pH dos *primers* acídicos em fracos ( $\text{pH} \geq 2$ ), médios ( $1 < \text{pH} < 2$ ) e agressivos ( $\text{pH} \leq 1$ ), sendo este último semelhante ao pH do gel de ácido fosfórico usado na técnica *E&R*. No geral, os *primers* acídicos dos sistemas auto condicionantes têm um pH menos ácido que o gel de ácido fosfórico usado no condicionamento ácido (Van Meerbeek *et al* 2011).

Estes sistemas adesivos têm vindo a apresentar resultados mais satisfatórios na dentina (Erikson, Barkmeier & Latta, 2009).



**Figura 5** – Esquema representativo da adesão á dentina usando um primer auto-condicionante (adaptado de Perdigão *et al*, 2002b)

## **Norma ISO/TS 11405**

A norma ISO/TS 11405 orienta a forma como devem ser realizados testes de resistência de união (tração e cisalhamento), entre outros. Para um teste de resistência adesiva, os dentes (substrato) devem ser selecionados de um humano, entre os 16 e os 40 anos, sendo preferencialmente molares e pré-molares. Estes não devem apresentar cáries, restaurações e tratamento endodôntico. Na impossibilidade de realizar os testes logo após a extração, estes podem ser concretizados até um período máximo de 6 meses após a extração, desde que armazenados devidamente. Depois da extração, o dente deve ser limpo com água de forma a remover o sangue, sendo depois conservado em água destilada, ou numa solução de cloramina-trihidratada a 0,5% por um período máximo de uma semana. Após uma semana, os dentes são colocados em água destilada (a 4°C ou - 5°C) e esta é renovada semanalmente de forma a minimizar a deterioração.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

### **Objetivo**

O objetivo deste trabalho é:

-Determinar a resistência adesiva *in vitro* na dentina de dois sistemas adesivos *multi-mode* aplicados pela técnica auto-condicionante e pela técnica de condicionamento ácido total.

### **Hipóteses Experimentais**

Hipótese nula:

A capacidade de adesão dos novos sistemas adesivos *multi-mode* não varia independentemente de serem aplicados em modo auto-condicionante ou em modo condicionamento ácido total.

Hipótese alternativa:

A capacidade de adesão dos novos sistemas adesivos *multi-mode* varia independentemente de serem aplicados na dentina em modo auto-condicionante ou em modo condicionamento ácido total.

## **Amostra**

Para a realização do presente estudo laboratorial foram selecionados 24 molares humanos cedidos pelo Banco de Dentes da Clínica Universitária Egas Moniz, com o consentimento da Comissão de Ética do Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz.



**Figura 6** – Molares hígidos humanos, já higienizados e prontos a serem armazenados.

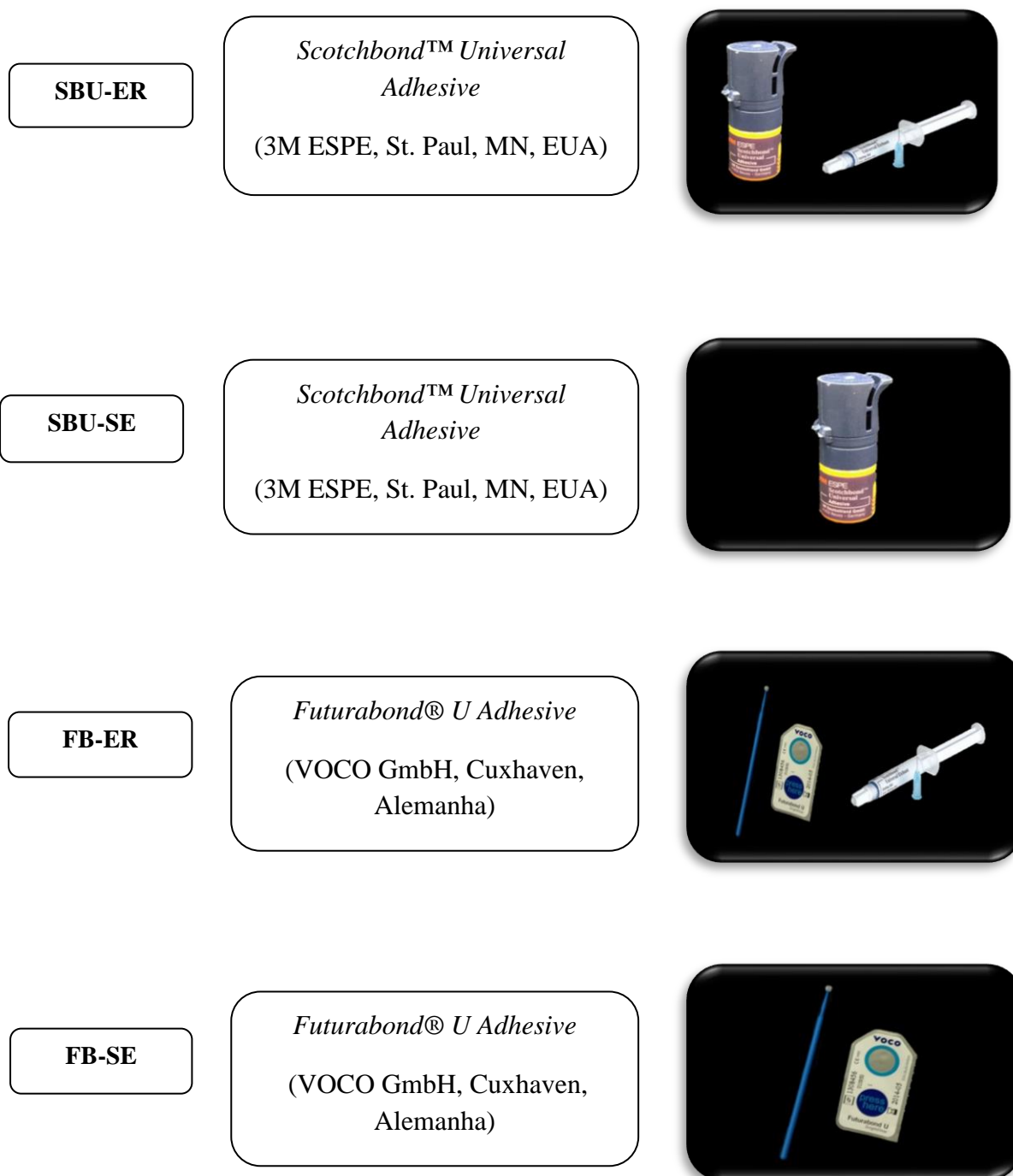
O critério de seleção dos dentes passa pela ausência de lesões por cárie e restaurações. São dentes extraídos há menos de 6 meses (não sendo relevante a posição ou o quadrante do qual foram extraídos). Foram depois conservados em cloramina tri-hidratada a 0,5% até uma semana, passando posteriormente para água destilada a 4°C conforme norma ISO/TS 11405

## **Preparação da amostra**

Foi realizada uma minuciosa observação aos dentes de forma a garantir o cumprimento dos critérios de inclusão no estudo. Removeram-se os restos de tecido orgânico com uma cureta gracey 5/6 e a higiene da coroa dentária procedeu-se com uma escova profilática com pasta de pedra-pomes. Seguidamente os dentes foram armazenados em cloramina tri-hidratada a 0,5% a 4°C durante 1 semana, altura em que foram mudados para água destilada também a 4°C. A água destilada foi renovada semanalmente até à data da preparação cavitária para a restauração dos dentes.

## Distribuição das amostras

Os dentes recolhidos foram distribuídos aleatoriamente e equitativamente por quatro grupos distintos. O seguinte esquema representa essa distribuição



**Figura 7** – Esquema representativo da distribuição da amostra pelos 4 grupos diferentes.

As próximas tabelas serviram para evidenciar a composição química dos materiais usados bem como o protocolo de utilização pelo fabricante.

<p><b>Scotchbond™ Universal Adhesive</b></p> <p>(3M ESPE, St. Paul, MN, EUA)</p>	<p><b>Técnica de auto-condicionamento:</b></p> <ol style="list-style-type: none"><li>1) aplicar o adesivo sobre toda a preparação com um aplicador descartável (<i>microbrush</i>), e esfregar durante 20 seg;</li><li>2) se necessário, embeber novamente o aplicador no adesivo;</li><li>3) evaporar o solvente com um jacto de ar ligeiro durante 5 seg, até que a superfície não tenha movimento;</li><li>4) fotopolimerizar durante 10 seg.</li></ol>
	<p><b>Técnica de condicionamento ácido total:</b></p> <ol style="list-style-type: none"><li>1) Aplicar um gel de ácido fosfórico a 35% sobre a superfície do dente preparada ou não (se for o caso) e deixar atuar por 15 seg;</li><li>2) Lavar abundantemente com água e secar com um jacto de ar ou bola de algodão, sem ressequeir;</li><li>3) Aplicar o adesivo sobre toda a preparação com um aplicador descartável (<i>microbrush</i>) e esfregar durante 20 seg; se necessário embeber novamente o aplicador no adesivo;</li><li>4) Evaporar o solvente com um jacto de ar ligeiro durante 5 seg até que a superfície não tenha movimento;</li><li>5) Fotopolimerizar durante 10 seg.</li></ol>
<p><b>Composição química:</b></p> <p>Bis-GMA, HEMA, água, etanol. Sílica tratada com silano, 10-MDP, ácido 2-propenóico, produtos da reacção com 1,10-decanediol e óxido de fósforo (P2O5), copolímero do ácido poli-alquenóico (polímero do Vitrebond), CQ, dimetilaminobenzoato (-4), (dimetilamino)etil metacrilato, metil etil cetona, silano.</p>	

**Tabela 1-** Scotchbond™ Universal Adhesive: fabricante, composição química e respetivas instruções de utilização para restaurações diretas de acordo com o fabricante.

**Futurabond® U**

**Adhesive**

(VOCO GmbH,  
Cuxhaven, Alemanha)



**Técnica de auto-condicionamento:**

- 1) Aplicar o adesivo sobre toda a preparação com um aplicador descartável (*microbrush*) e esfregar durante 20 seg;
- 2) Aplicar jato de ar seco e isento de óleo durante pelo menos 5 seg. para remover o solvente;
- 3) Fotopolimerizar durante 10 seg.

**Técnica de condicionamento total:**

- 1) Aplicar um gel de ácido fosfórico a 35% sobre a superfície do dente preparada ou não (se for o caso) e deixar atuar por 15 seg.;
- 2) Remover o agente condicionador com o aspirador e lavar com água durante cerca de 20 seg. Aplicar um leve jato de ar para remover o excesso de água. Não secar demasiado a dentina.;
- 3) Aplicar o adesivo sobre toda a preparação com um aplicador descartável (*microbrush*) e esfregar durante 20 seg.;
- 4) Aplicar jato de ar seco e isento de óleo durante pelo menos 5 seg para remover o solvente;
- 5) Fotopolimerizar durante 10 seg.

**Composição química:**

Bis-GMA, HEDMA, HEMA, UDMA; água; etanol; ácidos orgânicos; (di)metacrilatos; aminas (DABE); BHT.

**Tabela 2 - Futurabond® U Adhesive:** fabricante, composição química e respectivas instruções de utilização para restaurações diretas de acordo com o fabricante.



**Filtek™ Z250**

(3M ESPE, St. Paul, MN, USA)

Resina composta híbrida

**Composição química:**

Zircônio e sílica, tratados com silano, BisEMA, UDMA, Bis-GMA, TEGDMA, fotoiniciadores e estabilizadores.

**Instruções de utilização:**

- Colocar o material restaurador por incrementos de até 2,5mm;
- Fotopolimerizar cada incremento durante 20 seg.

**Tabela 3 - Filtek™ Z250:** fabricante, composição química e respectivas instruções de utilização para restaurações diretas de acordo com o fabricante.



**Scotchbond™ Universal**

**Etchant**

**Composição química:**

Água, ácido fosfórico a 34%, glicol de polietileno, óxido de alumínio, sílica amorfa sintética sem cristais.

**Instruções de utilização:**

- 1) Aplicar o gel de ácido fosfórico a 34% sobre o esmalte preparado ou não (se for o caso) e deixar atuar por 15 seg;
- 2) Lavar bem com água e secar com ar isento de humidade ou com pontas de algodão, sem ressequeir.

**Tabela 4 - Scotchbond™ Universal Etchant:** composição química, fabricante e respectivas instruções de utilização.



### **Preparo cavitário e restauração**

Ao longo deste trabalho experimental, todas as etapas que envolviam fotopolimerização foram realizadas com um fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr®, Middleton, EUA).

Desenharam-se duas linhas paralelas à face oclusal com um marcador permanente (Staedtler® Lumocolor Permanent, Moosaeckerstrasse, Nuernberg) em cada dente. Estas linhas serviriam de orientação para o posterior corte seccional do dente.

O dente foi depois colado com cola de cianoacrilato (Zapit®, Dental Ventures of América, Corona, CA, EUA) a um dispositivo fixador de forma a ser seccionado num micrómoto de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca ).



**Figura 8** - Dente colado no dispositivo fixador com as duas linhas de orientação desenhadas.

O corte na linha mais oclusal seria para expor a dentina média enquanto que o corte da linha radicular (2mm abaixo da junção amelo cimentária) seria para remover as raízes. Para este processo foi usado no micrómoto uma lamina diamantada a baixa velocidade sob irrigação (Isomet 1000, Buehler® Ltd, Lake Bluff, IL, EUA) .



**Figura 9** – Micrómetro de tecidos duros a efetuar os cortes paralelos ao plano oclusal na amostra.



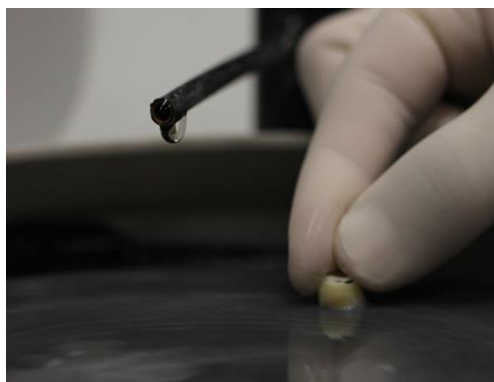
**Figura 10** – Dentina média exposta após corte no micrómetro.

Removeu-se o dente do dispositivo fixador e procedeu-se à limpeza dos restos pulparez com uma colher de dentina. A câmara pulpar foi depois preenchida com resina composta *Filtek™ Z250* (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) após a aplicação do sistema adesivo respetivo de cada grupo segundo as indicações do fabricante.

Na superfície oclusal, sempre que se evidenciavam ilhotas de esmalte procedeu-se à sua remoção numa polidora (LaboForce-1, Struers, Dinamarca) com um disco de lixa SiC de granulação 320 (Buehler® Ltd, Lake Bluff, IL, EUA), irrigada com água corrente. Seguidamente a *smear layer* foi criada com um disco de lixa SiC de granulação 600 (Buehler® Ltd, Lake Bluff, IL, EUA) durante 60 segundos, também sob irrigação.



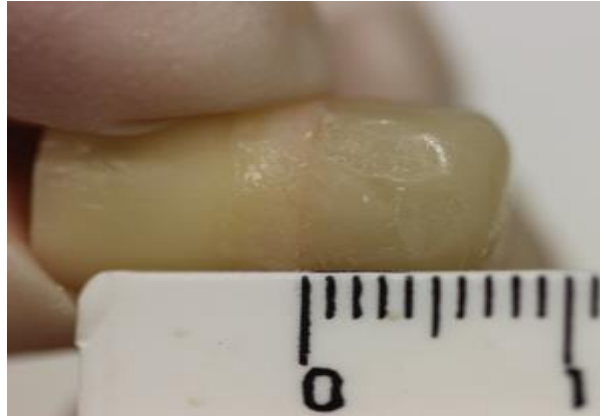
**Figura 11** – Polidora (LaboForce-1, Struers, Dinamarca).



**Figura 12** – Criação da *smear layer* padronizada.

Após a preparação da superfície criada, procedeu-se à aplicação dos quatro grupos diferentes de adesivos, variando as técnicas de condicionamento e seguindo as indicações do fabricante.

Seguidamente executaram-se as restaurações com resina composta *Filtek™ Z250*, cor A2 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), usando uma espátula angulada. Colocaram-se incrementos de 2mm que foram fotopolimerizados entre si até perfazer uma altura total de 6mm.



**Figura 13** – Medição da altura de resina composta pretendina na restauração.

Por fim, os dentes foram identificados e armazenados em água destilada numa estufa (Memmert INE 400, Memmert, Alemanha) a 37° durante 24 horas.



**Figura 14** – Estufa que armazenou as amostras.

### **Preparo de Palitos**

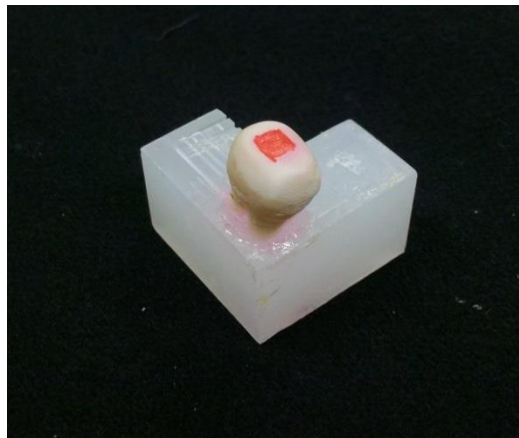
Após as 24 horas, os dentes foram retirados da estufa, desenhando-se um quadrado de 3x3 cm<sup>2</sup> na área central da face oclusal com um marcador permanente de forma a se diferenciar os palitos centrais dos periféricos.

O dente foi colado com cola cianocrilato (Zapit®, Dental Ventures of America, Corona, CA, EUA ) pela sua base a um dispositivo de fixação e levado novamente ao micrótomoto de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca).



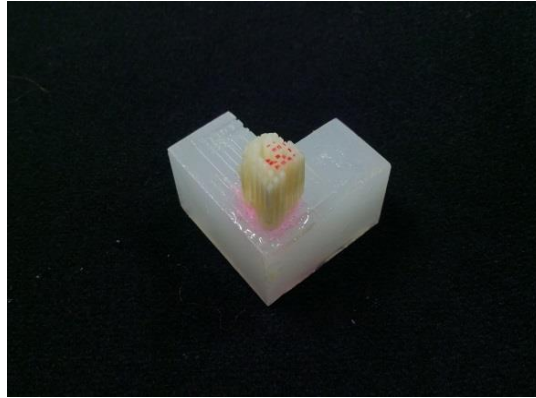
**Figura 15** – Micrótomoto de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca).

Cada amostra foi seccionada com uma lâmina diamantada de baixa velocidade nas direções X e Y, sob irrigação, de forma a obter palitos com uma secção transversal de  $1 \pm 0,2 \text{ mm}^2$ .



**Figura 16** – Dente colado no dispositivo fixador com o quadrado desenhado na face oclusal.

Feitos os cortes no sentido X e Y procedeu-se a um corte final para separar os palitos.



**Figura 17** – Dente cortado no sentido X e Y.



**Figura 18** – Palitos resultantes do dente cortado.

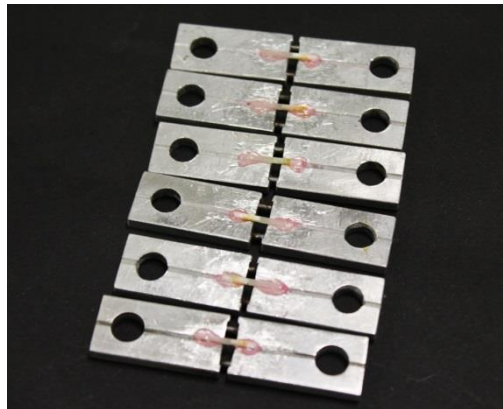
### **Resistência Adesiva à Microtração**

Com o auxílio de uma craveira digital (Maachi, Digital Caliper, BS Pyromatic, India) os lados dos palitos foram medidos na zona da interface aderida, de forma a calcular a área da interface de adesão em  $\text{mm}^2$ .



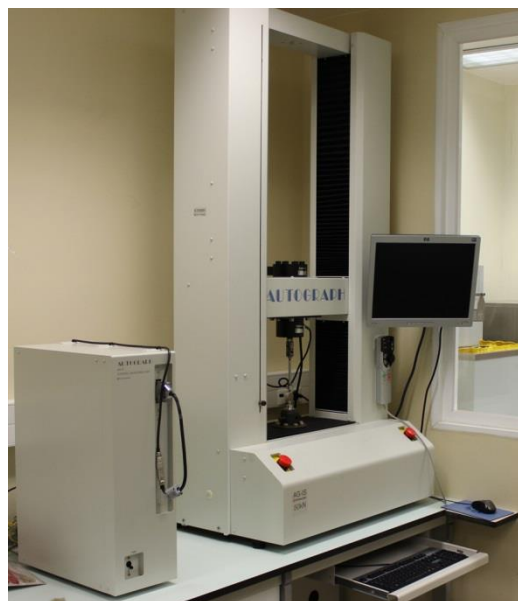
**Figura 19** – Medição dos lados da interface.

Depois de medidos e registados os valores, os palitos foram colados, pelas suas extremidades, num jig de aço inoxidável com cola cianocrilato (Zapit®, Dental Ventures of América, Corona, CA, EUA).



**Figura 20** – Palitos colados nos jigs.

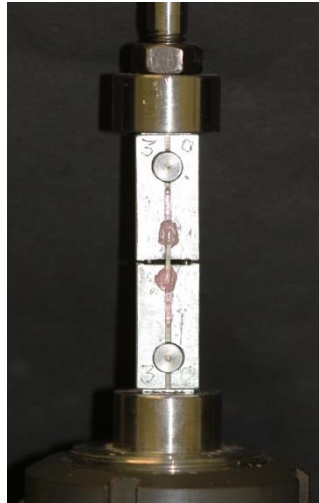
O jig foi introduzido na máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tóquio, Japão) que iria submeter os palitos a uma carga de tensão a uma velocidade de 1mm por minuto.



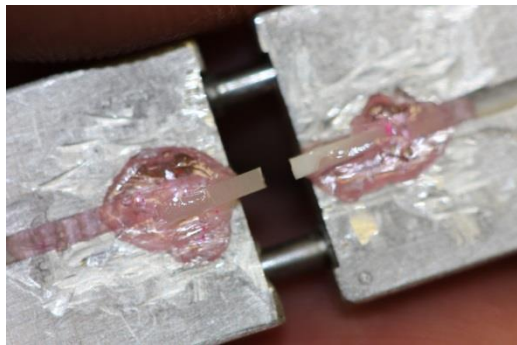
**Figura 21** – Máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tóquio, Japão)



A tensão submetida causou a fratura dos palitos, ficando registado a carga exercida na altura do ponto de rutura.



**Figura 22** – Máquina de testes universal a tracionar um palito.



**Figura 23** – Palito traccionado.

Estes valores seriam usados para o cálculo da força de adesão (uTBS), expressa em Mpa, sendo o resultado da força aplicada no momento da fractura (N) sobre a área da superfície aderida em mm<sup>2</sup>.

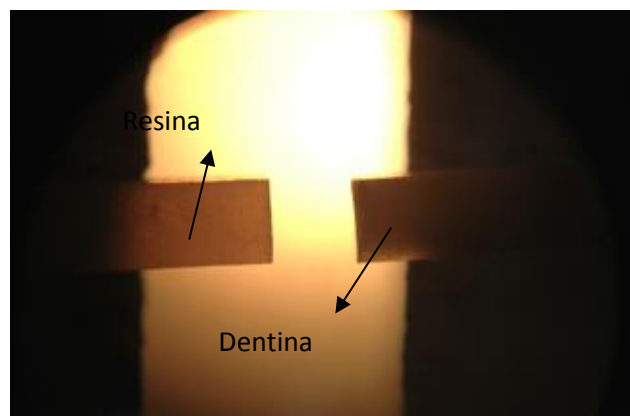
Foi também analisado o local de rutura com o auxilio de um microscópio ótico (Leica ATC2000, Leica Microsystems, Buffalo, EUA).



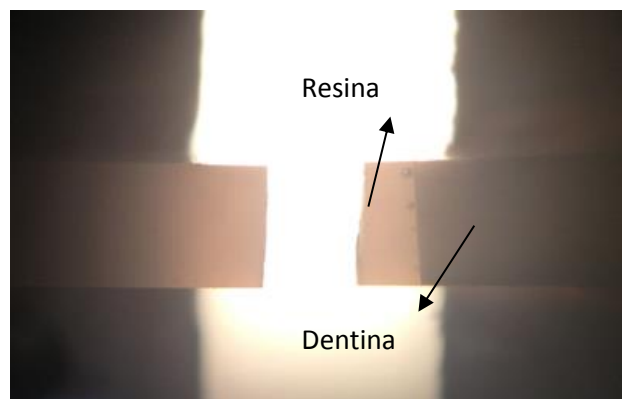


**Figura 24** – Microscópio Ótico (Leica ATC2000, Leica Microsystems, Buffalo, EUA).

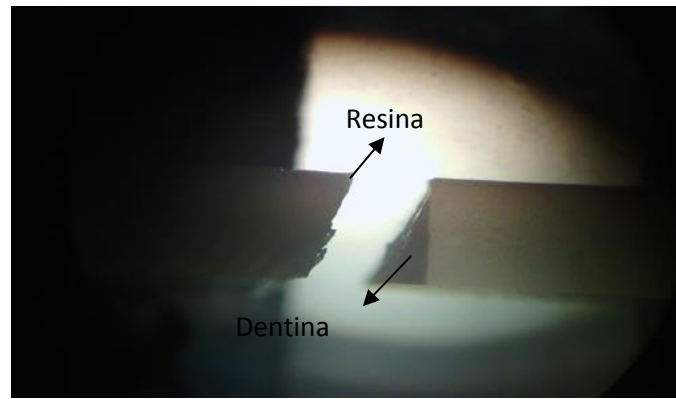
Os vários tipos de fratura foram classificados como adesivas (fratura entre a interface dentina-adesivo), coesivas (fraturas obtidas na dentina ou na resina) e mistas (fraturas onde existia resina ou dentina na interface).



**Figura 25** - Fratura adesiva.



**Figura 26** - Fratura coesiva.



**Figura 27** - Fratura mista.

Após a organização dos valores médios de microtracção, obtidos às 24 horas, serão examinados estatisticamente recorrendo ao SPSS 14.0 (SPSS Inc.).

## RESULTADOS

### Análise estatística

A análise estatística dos valores médios de microtracção obtidos às 24 horas foi calculada considerando cada palito como unidade estatística. Cada grupo correspondeu a seis dentes, originando dezasseis palitos cada para o presente estudo. No total obtiveram-se noventa e seis palitos por grupo.

Foram realizados testes de normalidade (Tabela 5) de maneira a verificar a possibilidade de usar o teste ANOVA.

Grupo		Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup>			Shapiro-Wilk		
		Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
Força (MPa)	FB ER	,112	93	,006	,934	93	,000
	FB SE	,147	86	,000	,903	86	,000
	SBU ER	,071	96	*	,965	96	,011
	SBU SE	,133	96	,000	,936	96	,000

\*. This is a lower bound of the true significance.

a. Lilliefors Significance Correction

**Tabela 5 – Testes de Normalidade**

Analisando a tabela 5, o teste ANOVA não é viável uma vez que a distribuição não é normal em três dos quatro grupos em estudo. Como 3 dos valores evidenciavam um valor de significância (sig)  $p < 0,05$  a distribuição dos dados por grupo é tida como anormal, impossibilitando a comparação de valores através o teste ANOVA.

O tratamento estatístico aferiu uma distribuição anormal dos valores médios, sendo o teste não paramétrico alternativo de Kruskal-Wallis o mais viável nesta situação. Este teste permitiu a comparação inferencial dos valores e evidenciou diferenças com um significado estatístico.

Grupo	N	Mean Rank
FB ER	93	193,01
FB SE	86	109,09
SBU ER	96	230,27
SBU SE	96	203,83
Total	371	

**Tabela 6** – Teste Kruskal-Wallis: “Rank” médio

**Test Statistics<sup>a,b</sup>**

	Força (MPa)
Chi-Square	63,639
df	3
Asymp. Sig.	,000

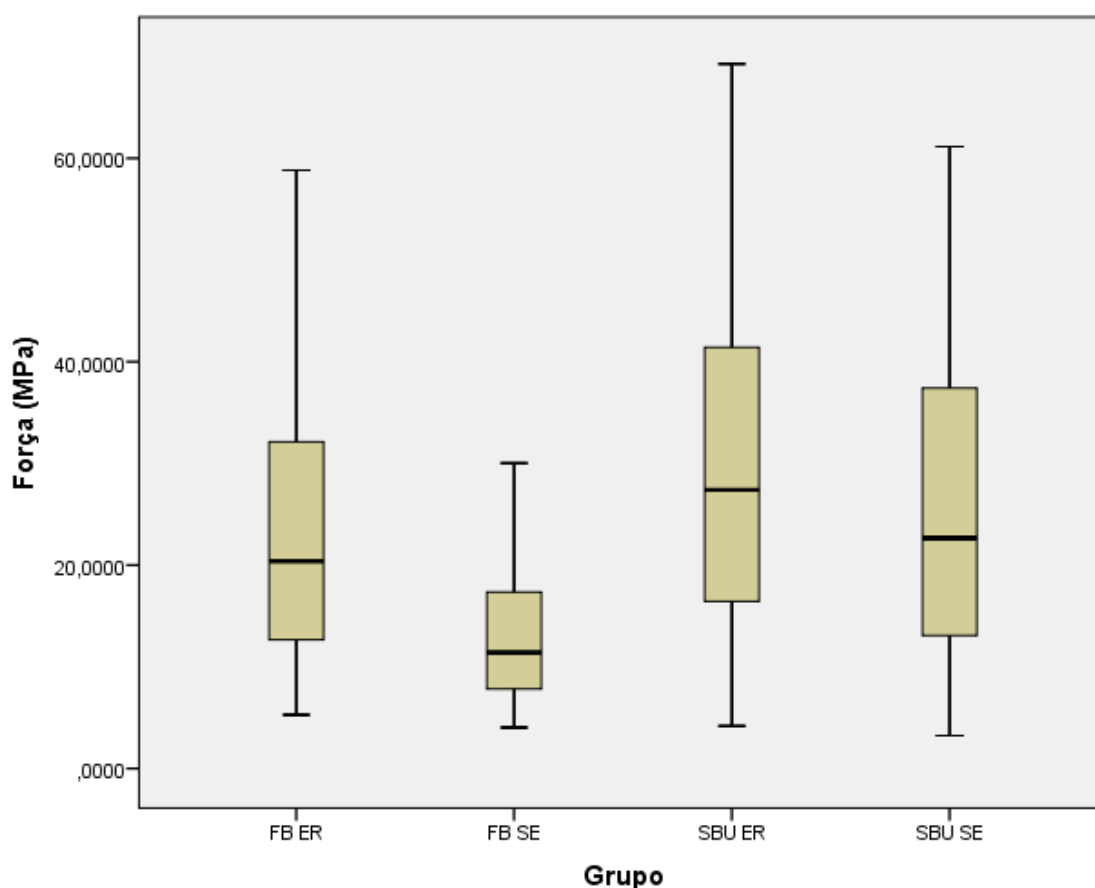
a. Kruskal Wallis Test

b. Grouping Variable: Grupo

**Tabela 7** – Teste Kruskal-Wallis: estatística.

O teste de Kruskal-Wallis permitiu avaliar que os dados dos diferentes grupos provêm de populações com características diferentes.

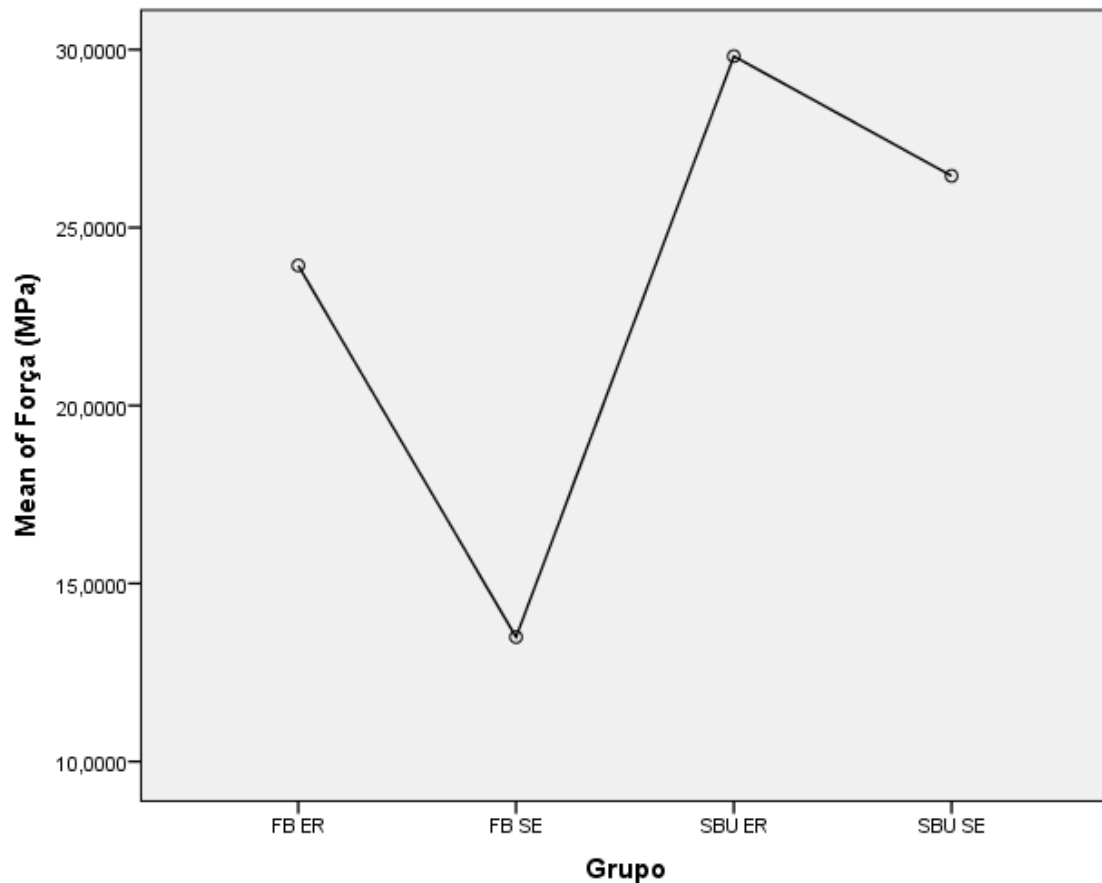
A próxima figura mostra as forças (MPa) registadas nos 4 grupos em estudo.



**Figura 28** – Força (Mpa) de cada crupo.

O gráfico evidenciado na figura 28 permite analisar os valores de força (Mpa) máximos e mínimos de cada grupo, a amplitude interquartil (retângulo verde seco, correspondente a 50% de dados centrais) e o valor da mediana de cada grupo. Os grupos SBU-ER e SBU-SE apresentam o maior intervalo de forças de adesão. Já o maior valor médio da força de adesão foi registado pelo grupo SBU-ER, em quanto que o menor valor médio da força de adesão pertence ao grupo FB-SE. O SBU-ER destaca-se também por apresentar o valor mais elevado de forças registadas nos quatro grupos.

O gráfico das forças médias calculadas por grupo é apresentado seguidamente na figura 29.



**Figura 29** - Forças médias calculadas por grupo

Por ordem decrescente de forças de adesão podemos através do gráfico acima representado afirmar que o grupo SBU-ER é o grupo com maiores valores de adesão, seguido do grupo SBU-SE, do grupo FB-ER e finalmente o grupo FB-SE com as forças de adesão correspondentes aos valores mais baixos.

Na tabela abaixo apresentada verificamos a amplitude de forças encontradas, existindo valores mínimos extremamente próximos entre si nos vários grupos, enquanto que o valor máximo do grupo FB-SE é o mais discrepante.

Força (MPa)

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean	
					Lower Bound	Upper Bound
FB ER	93	23,934514	13,6264059	1,4129925	21,128189	26,740839
FB SE	86	13,496233	7,1811223	,7743603	11,956597	15,035869
SBU ER	96	29,814059	15,7369458	1,6061453	26,625457	33,002661
SBU SE	96	26,452517	16,3342753	1,6671100	23,142885	29,762149
Total	371	23,687809	15,0328083	,7804645	22,153107	25,222512

**Tabela 8** – Amplitude das forças.

Analisando a próxima tabela percebemos que o grupo SBU-ER e SBU-SE apresentam as médias mais altas, evidenciando intervalos de confiança também elevados.

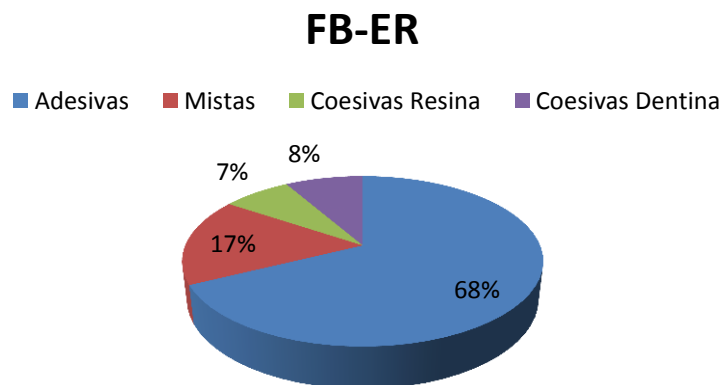
Força (MPa)

	Minimum	Maximum
FB ER	5,2872	58,8400
FB SE	4,0353	30,0299
SBU ER	4,1804	69,2844
SBU SE	3,2244	61,1435
Total	3,2244	69,2844

**Tabela 9** - Média, desvio padrão, margem de erro e intervalos de confiança.

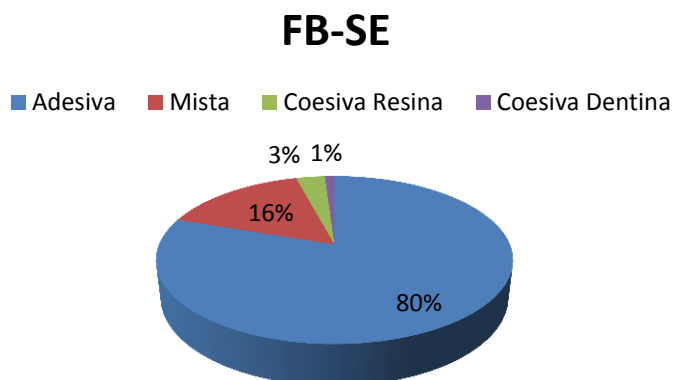
## Tipos de fratura

Depois dos testes de microtracção, os palitos foram observados ao microscópio para registar o tipo de fratura. A amostra continha noventa e seis palitos (n=96) por grupo, funcionando cada um como unidade estatística. As figuras seguintes evidenciam os resultados encontrados.



**Figura 30** – Percentagem de fraturas no grupo FB-ER (n=96).

No grupo FB-ER, o maior número de fraturas encontradas foram adesivas (68%), seguidas das mistas (17%), das coesivas em dentina (8%) e finalmente pelas coesivas em resina (7%).

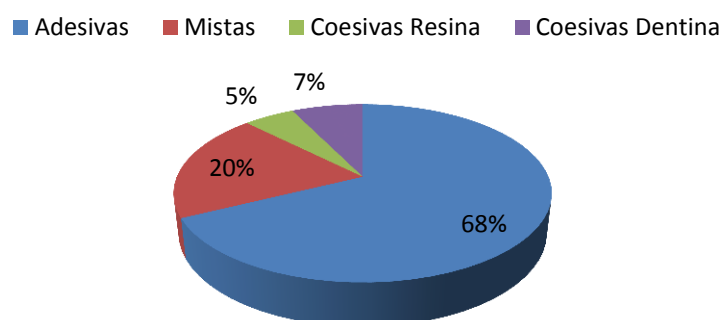


**Figura 31** – Percentagem de fraturas no grupo FB-SE (n=96).

O grupo FB-SE obteve 80% de fraturas do tipo adesivo, o maior número registado nos quatro grupos. O resto das fraturas correspondeu a 16% mistas, 3% coesivas na resina e 1% coesivas na dentina. Neste grupo, o número de fraturas coesivas foi o mais baixo quando comparando com os restantes grupos.



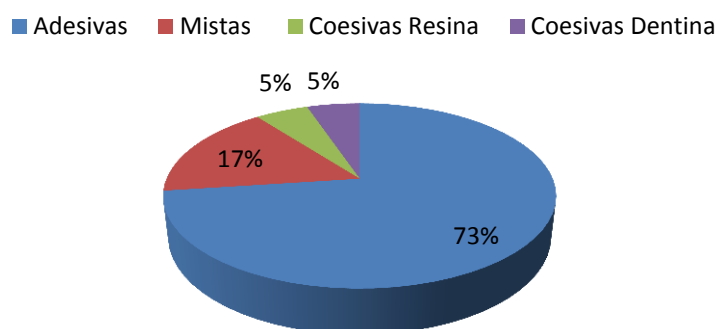
### SBU-ER



**Figura 32** – Percentagem de fraturas no grupo SBU-ER (n=96).

No grupo SBU-ER voltou-se a encontrar 68% de fraturas adesivas, mas o número de fraturas mistas foi o maior registado nos quatro grupos, levando a uma percentagem de 20%. As fraturas coesivas na dentina e coesivas na resina corresponderam respectivamente a 7% e 5%.

### SBU-SE



**Figura 33** – Percentagem de fraturas no grupo SBU-SE (n=96).

O grupo SBU-SE registou um elevado número de fraturas adesivas (73%). O tipo apresentou 17% das fraturas e as coesivas corresponderam a 5% cada.

## DISCUSSÃO

Seguindo as diretrizes da norma ISO/TS 11405 para a elaboração do presente estudo, os dentes foram primariamente desinfetados com cloramina trihidratada a 0,5% por um período máximo de uma semana e posteriormente armazenados em água destilada a 4°C. A limpeza dos dentes foi realizada com uma cureta e com pasta de pedra pomes.

Para expor a dentina média realiza-se um corte paralelo à face oclusal com uma lâmina diamantada a baixa velocidade sob irrigação (Perdigão, Sezinando & Monteiro 2012; Sezinando, Perdigão & Regalheiro 2012).

Segundo Scherrer, Cesar & Swain (2010) a criação de *smear layer* através de lixas SiC com grão 600 durante 60 segundos, é um método de acabamento de superfície usado em mais de 50% dos estudos.

De acordo com Griffith (1920) uma área pequena está estatisticamente associada com elevados valores de tração enquanto que uma área grande estará associada a valores de tração reduzidos. Seguindo esta teoria, Gallusi *et al* (2009) recomenda a transformação de dentes em palitos e o posterior teste de microtração.

A microtração é considerada uma das técnicas mais válidas no estudo das forças adesivas, apresentando vantagens, tais como: a necessidade de um reduzido número de dentes para o estudo (cada dente origina inúmeros palitos que vão funcionar como unidade estatística); anteriormente à microtração, resistências adesivas elevadas (superiores a 25 MPa), promoviam fraturas coesivas de substrato, deixando intacta a interface adesiva que se pretendia avaliar, impossibilitando uma correta avaliação da adesão; existe uma distribuição uniforme das forças na interface em estudo (Camargo *et al*, 2007; Andrade *et al*, 2010; Gallusi *et al*, 2009; Ghassemieh, 2008). Pashley *et al* (1999) sumariou as desvantagens deste método, referindo: a dificuldade para medir forças de união inferiores a 5 MPa; a necessidade de equipamento especializado; sendo um procedimento moroso, é necessário uma elevada aptidão do operador; as amostras, por serem tão pequenas tendem a desidratar facilmente.

A existência de uma incorreta compactação de compósito na zona restaurada e as diversas características que tornam a dentina um substrato complexo em termos de adesão podem contribuir para a ocorrência de fraturas coesivas, bem como erros inerentes ao operador (Cho & Dickens, 2004; Scherrer *et al*, 2010).

A classificação das fraturas em adesivas, mistas e coesivas é utilizada por diversos autores (Perdigão, Sezinando & Monteiro 2012; Sezinando, Perdigão & Regalheiro 2012; Choi *et al*, 2011). Segundo Scherrer (2010) um dos principais problemas para atribuir esta classificação ocorre quando a falha é “aparentemente” do tipo misto. Scherrer (2010) propõe também que fraturas adesivas ou mistas deveriam ser observadas ao microscópio eletrônico, complementando a observação ao microscópio ótico.

Uma vez que o sistema adesivo *Futurabond®U* (VOCO GmbH, Cuxhaven, Alemanha) é relativamente recente, ainda existem poucos estudos reconhecidos e publicados, o que dificultou a possibilidade de comparar os valores médios de força (MPa) obtidos neste projeto.

Acedendo à informação científica disponibilizada pelo website da VOCO acerca de estudos realizados ao *Futurabond®U* (VOCO GmbH, Cuxhaven, Alemanha) podemos concluir que, tal como neste trabalho experimental, os grupos que sofreram um pré-condicionamento ácido obtiveram valores de adesão mais elevados.

Estudos apresentados por Miyazaki e colaboradores (2003) demonstram que incorporar *smear layer* na camada híbrida acarreta desvantagens, aumentando as probabilidades de surgirem falhas adesivas devido a uma incompleta penetração dos monómeros de resina na *smear layer*. Estas falhas podem levar a uma diminuição da resistência e da estabilidade da *smear layer* presente na camada híbrida e consequentemente comprometer uma correta adesão. De forma a atingir uma adesão entre dentina e resina mais fiável poderá ser necessário uma etapa prévia de condicionamento ácido para remover a *smear layer*. Os resultados obtidos neste trabalho comprovam a linha de raciocínio de Miyazaki e seus colaboradores (2003), atingindo-se em ambos os grupos de condicionamento ácido total forças (MPa) superiores aos grupos em que foi aplicada a técnica *self-etch*.

Em 2005, Jacques e Hebling publicaram um estudo no qual condicionaram dentina com ácido fosfórico a 37%, antes da aplicação de um adesivo auto-condicionante. A remoção da *smear-layer* posteriormente ao adesivo revelou forças de adesão superiores, supondo que existe um contacto mais direto entre o adesivo e a dentina, formando uma camada híbrida mais forte e homogênea. Estes resultados vão ao encontro do observado no presente estudo.

O adesivo *Scotchbond™ Universal* (3M ESPE) é alvo de mais estudos. Este possui na sua constituição 10-MDP, que é um sal de hidrólise muito estável, que descalcifica os cristais de HAp e forma ligações iônicas estáveis com o cálcio (Yoshida *et al*, 2004). É constituído também por copolímeros de ácido poli-alquenóico (são monómeros policarboxílicos), fundamentais para uma adesão química adicional ao cálcio existente na HAp (Perdigão, Sezinando & Monteiro 2012; Inoue *et al*, 2005).

Estudos apresentados por Perdigão, Sezinando e Monteiro (2012) mostraram que, independentemente da técnica de condicionamento aplicada (*self-etch* ou *total-etch*), as forças geradas pelo *Scotchbond™ Universal* eram aproximadamente iguais. No presente estudo, a média das forças obtidas entre os dois grupos *Scotchbond™ Universal* não foi similar, mas a diferença entre elas foi muito reduzida.

Segundo Carrilo (2006) uma desidratação excessiva da dentina leva à desnaturação e ao enfraquecimento das fibras de colagénio. Bouillaguet *et al*, (2001) alerta para a possível desidratação em excesso do substrato dentinário caso o clínico preceda o sistema adesivo com condicionamento ácido total. A água deverá ser removida, mas o substrato não pode ficar seco, garantindo desta forma uma correta adesão à dentina húmida (também chamada de *wet-bonding technique*).

No estudo de Hitmi, Bouter e Degrege (2002) a dentina seca com ar após o pré-condicionamento com ácido fosfórico, sofreu uma diminuição da infiltração e dispersão de água, sendo portanto aconselhado aplicar os adesivos auto-condicionadores em dentina húmida.

Excesso de água também se torna prejudicial, podendo diluir o *primer* e torná-lo menos efectivo (Swift, Perdigão & Heymann 1995). A leve aplicação do jato de ar não deve ser descuidada, uma vez que uma dentina excessivamente hidratada poderá comprometer a correta adesão (Reis *et al*, 2003).

Frankenberger, Kramer e Petschelt (2000) explicam que uma das etapas mais críticas durante a aplicação de um adesivo *E&R* é o correto controlo da humidade dentinária após a aplicação e lavagem do ácido fosfórico. Sendo uma etapa difícil de padronizar a um nível clínico, está imperativamente sujeita a erros.

Estudos conduzidos por Bekes *et al* (2007) compararam sistemas adesivos *E&R* e *self-etch*. No final verificou-se sensibilidade operatória em ambos os grupos, mas mais reduzida com o sistema auto-condicionante. A integração de ácido no *primer* bem como a ausência da etapa de jactamento de ar na dentina para evaporar o solvente, podendo levar à desidratação desta (Coelho *et al*, 2012) poderá levar a uma diminuição da sensibilidade pós-operatória. Browning *et al* (2007), num ensaio a 6 meses não encontraram diferenças na sensibilidade pós-operatória entre os dois tipos de sistemas adesivos. A opinião acerca da diminuição da sensibilidade pós-operatória ainda não é unânime na literatura.

## **CONCLUSÕES**

Seguindo o objetivo proposto neste trabalho, não foram encontradas diferenças nas forças de adesão entre os quatro grupos experimentais.

Com os resultados obtidos rejeitamos a hipótese alternativa visto que a capacidade de adesão dos novos sistemas adesivos *multi-mode* na dentina não variou independentemente da técnica de condicionamento aplicada, apesar da média das forças de adesão (MPa) ter sido diferente entre os grupos relativos ao mesmo sistema adesivo.

### **Perspetivas Futuras**

Nos futuros estudos dever-se-ia:

- Utilizar o microscópio Electrónico de Varrimento de forma a complementar a observação das fratura no microscópio óptico ;
- Avaliar a resistência adesiva dos adesivos estudados alargando o prazo de armazenamento em água destilada por um período de seis meses, um ano ou até dois anos;
- Avaliar a capacidade de selamento dos sistemas adesivos através de estudos de nanoinfiltração.

## BIBLIOGRAFIA

- Albaladejo, A., Osorio, R., Toledano, M., Ferrari, M. (2010) “Hybrid layers of etch-and-rinse versus self-etching adhesive systems” *Med. Oral. Patol. Oral.Cir. Bucal*, 15 (1), pp.112-8.
- Andrade, A. M. de, Moura, S. K., Reis, A., Loguercio, A. D., Garcia, E. J., & Grande, R. H. M. (2010) “Evaluating resin-enamel bonds by microshear and microtensile bond strength tests: effects of composite resin” *Journal of applied oral science: revista FOB*, 18(6), 591–8.  
Disponível em <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21308290>
- Bertassoni, L., Orgel, J., Antipova, O., Swain, M. (2012) “The dentin organic matrix – limitations of restorative dentistry hidden on the nanometer scale” *Acta Biomater*, 8(7), pp.2419-2433.
- Bekes, K., Boeckler, L., Gernhardt, CR., Schaller, HG. (2007) “Clinical Performance of a self-etching and a total-etch adhesive system – 2-year results”, *Journal of Oral Rehabilitation*, 34, pp.855-861.
- Blunck U. (2000) “Adhesives: principles and state of the art”. *Quintessence Publishing*. Pp.29–44.
- Bouillaguet, S., Gysi, P., Wataha, J.C., Ciucchi, B., Cattani, M. e Godin C. (2001) “Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems”, *Journal of Dentistry*, 29(1), pp.55-61.
- Breschi, L., Mazzoni, A., Ruggeri, A., Cadenaro, M., Di Lenarda, R., & De StefanoDorigo, E. (2008). “Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface”, *Dental materials: official publication of the Academy of DentalMaterials*, 24(1), pp.90–101.

- Browning, W.D., Blalock, J.S., Callan, R.S., Brackett, W.W., Schull, G.F., Davenport, M.B. e Brackett, M.G. (2007) “Postoperative sensitivity: a comparison of two bonding agents”, *Operative Dentistry*, 32(2), pp 112-117.
- Camargo, M., Silveira, B., Delfino, C., Zaroni, W., Matos, A. (2007) “Ensaio de microtração: uma revisão crítica da literatura.” *Rev. Inst. Ciênc. Saúde*, 25(3):313-8.
- Carrilo, C.S. (2006) “Dentina y adhesivos dentinarios. Conceptos actuales”, *Revista ADM, Medigraphic Artemisa*, 63(2), pp.45-51
- Cho, B. e Dickens, S. (2004) “Effects of acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength” *Dent Mater* 20(2), pp.107-15
- Choi, C.-K., Son, S.-A., Ha, J.-H., Hur, B., Kim, H.-C., Kwon, Y.-H., & Park, J.-K. (2011). “Influence of application methods of one-step self-etching adhesives on microtensile bond strength.” *Journal of Korean Academy of Conservative Dentistry*, 36(3), 203. doi:10.5395/JKACD.2011.36.3.203
- Coelho, A., Canta, J. P., Martins, J. N. R., Sofia, A. O. e Marques, P. (2012). “Perspetiva história e conceitos atuais dos sistemas adesivos amelodentinários – revisão da literatura.” *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*, 53(1), 39-46.
- Eick, J. D., Cobb, C. M., Chapell, R. P., Spencer, P. e Robinson, S. J. (1991). “The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. part I.” *Quintessence International*, 22(12), 967-977. Disponível em <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/1813914>



- Erikson, R.L., Barkmeier, W.W e Latta, M.A. (2009) “The role of etching in bonding to enamel: a comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesives systems”, *Dent.Mater*, 25(11), pp. 1459-67.
- Finger, J.W e Tani, C. (2005) “Effect of application mode on bonding performance of self-etching adhesives” *America Journal of Dentistry*, 18, pp. 41-44.
- Frankenberger, R., Kramer, N. e Petschelt, A. (2000) “Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaption”, *Operative Dentistry*, 25(4), pp.324-30.
- Fusayama, T., Nakamura, M., Kurosaki, N., Iwaku, M. (1979). “Non pressure adhesion of a new adhesive restorative resin” *Journal of Dental Research*, v.58, pp.1364-70.
- Gallusi, G., Galeano, P., Libonati, A., Giuca, M. R., & Campanella, V. (2009). “Evaluation of bond strength of different adhesive systems: Shear and Microtensile Bond Strength Test.” *Oral & implantology*, 2(4), 19–25.
- Ghassemieh, E. (2008). Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials*, 24(4), 536–47.doi:10.1016/j.dental.2007.06.022
- Goldberg, M., Kulkarni A., Young, M., e Boskey, A., (2012) “Dentin: Structure, Composition and Mineralization: The role of dentin ECM in dentin formation and mineralization”, *National Institutes of health*, 3(1), pp.711-735.
- Griffith, A.A (1920) “The phenomena of rupture and flow in solids.” *Phil Trans roy Soc London A221*, pp.168-198.
- Hitmi, L., Bouter, D. e Degrenge, M. (2002). “Influence of drying and HEMA treatment on dentin wettability”. *Dental Materials*, 18, pp. 503-511.

- Ikeda, M., Kurokawa, H., Sunada, N., Tamura, Y., Takimoto, M., Murayama, R., Ando, S., et al. (2009). "Influence of previous acid etching on dentin bond strength of self-etch adhesives". *Journal of oral science*, 51(4), 527–34. Disponível em <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/20032604>
- Ikemura, K., Endo, T., & Kadoma, Y. (2012). "A review of the developments of multipurpose primers and adhesives comprising novel dithiooctanoate monomers and phosphonic acid monomers", *Dental Materials Journal*, 31(1), pp 1–25.
- Inoue, S., Koshiro, K., Yoshida, Y., De Munck, J., Nagakane, K., Susuki, K., Sano, H. e Van Meerbeek, B. (2005) "Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin", *Journal of Dental Research*, 84(12), pp. 1160-1164.
- Jacques, P. e Hebling, J. (2005). "Effect of dentin conditioners on the microtensile bond strenght of a conventional and self-etching primer adhesive system", *Dental Materials*, 21, pp.103-109.
- Kakar, S., Goswami, M., Kanase., A. (2011). "Dentin Bonding Agents I: Complete Classification – A Review", *World Journal of Dentistry*, 4(2), pp.367-370.
- Kanca, J. (1992) "Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin", *American Journal of Dentistry*, 5(4), pp. 213-215.
- Laxe, L., Brum, S., Oliveira, R., Goyatá, F. (2007) "Sistemas adesivos autocondicionantes", *International Journal of Dentistry*, 6 (1), pp. 25- 29.
- Lin M, Luo ZY, Bai BF, Xu F, Lu TJ (2011) "Fluid Mechanics in Dentinal Microtubules Provides Mechanistic Insights into the Difference between Hot and Cold Dental Pain". *PLoS ONE* 6(3): e18068. doi:10.1371/journal.pone.0018068
- Lopes, G., Thys, D., Klauss, P., Mussi, G., Widmer, N. (2007) "Enamel Acid Etching: A Review" *Compendium* 28(1), pp.662-669.

- Love, R. M., & Jenkinson, H. F. (2002). "Invasion of dentinal tubules by oral bacteria". *Critical reviews in oral biology and medicine an official publication of the American Association of Oral Biologists*, 13(2), pp.171–183.
- Marshall, G. W., Marshall, S. J., Kinney, J. H., & Balooch, M. (1997). "The dentin substrate: structure and properties related to bonding". *Journal of Dentistry*, 25(6), pp.441–458.  
Disponível em <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/9604576>
- McLean, J.W. e Kramer, I.R.H. (1952) "A clinical and pathological evaluation of a sulphinic acid activated resin for use in restorative dentistry", *British Dental Journal*, 93, pp.255-269.
- Mendoza, J.A., Leal, J.I., Valverde M.A., López, S., Vílchez, M.A. (2008) "Wettability and bonding of self-etching dental adhesives: Influence of smear layer" *Dent mater*, 24(1), pp. 994-1000.
- Miyazaki, M., Onose, H., Iida, N. e Kazama, H. (2003) "Determination of residual double bonds in resin-dentin interface by Raman spectroscopy", *Dental Materials*, 19(3), pp.245-251.
- Nakabayashi, N., Kojima, K. e Masuhara, E. (1982)"The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates", *Journal of Biomedical Materials Research*, 16(3), pp- 265-273.
- Nakornchai, S., Harnirattisai, C., Surarit, R., Thiradilok, S. (2005)" Microtensile bond strength of a total-etching versus self-etching adhesive to caries affected and intact dentin in primary teeth" *The Journal of the American Dental Association*, 136,pp.477-483.
- Pashley, D.H. (1992) "The effects of acid etching on pulpo-dentine complex " *Operative Dentistry*, 17(6), pp.229-42.

- Pashley, D.H. (1996) "Dynamics of the pulpo-dentin complex" *Crit. Rev. Oral. Biol. Med.* 7(2), pp.104-133
- Pashley, D. H., & Carvalho, R. M. (1997). "Dentine permeability and dentine adhesion." *Journal of dentistry*, 25(5), pp.355-72. Disponível em <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/9241954>
- Pashley, D.H., Carvalho, R.M., Sano, H., Nakajima, M., Yoshiyama, M., Shono, Y., Fernandes, C.A., Tay, F. (1999) "The microtensile bond test: a review". *J. Adhes. Dent.* 1, pp.,299-309
- Pashley, D.H., Tay, F., Breschi, L., Tjaderhane, L., Carvalho, R., Carrilho, M., Tezvergil-Mutluay, A. (2011) "State of the art etch-and-rinse adhesives" *Dental Materials* 27, pp.1-16.  
Disponível em <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22988685>
- Perdigão, J., Ritter A. V. (2001) Adesão aos tecidos dentinários. In: Baratieri L. N. et al (Ed.). *Odontologia Restauradora: fundamentos e possibilidades*, Livraria Edição Santos, pp. 83-128.
- Perdigão, J., Geraldeli, S., Carmo, A.R.P. e Dutra, H.R. (2002a) "In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives", *J. Esthet. Restor. Dent.*, 14(1), pp. 31-8.).
- Perdigão, J., Swift, E. J., & Walter, R. (2002b). *Fundamental Concepts of Enamel and Dentin Adhesion. Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry* (6<sup>th</sup> Edition., pp. 114-140). Mosby Elsevier.
- Perdigão, J., Carmo, A.R., Geraldeli, S. (2005). "Eighteen-month clinical evaluation of two dentin adhesives applied on dry vs moist dentin", *The Journal of Adhesive Dentistry*, 7(3), pp. 253-258.
- Perdigão, J. (2007). "New developments in dental adhesion". *Dental clinics of North America*, 51(2), pp 333-57.

- Perdigão, J. (2010). “Dentin bonding – Variables related to the clinical situation and the substrate treatment”. *Dental Materials*, 26(1), pp. 24-27.
- Perdigão, J., Sezinando, A., & Monteiro, P. C. (2012). “Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive.” *American journal of dentistry*, 25(3), pp.153–8.
- Peumans, M., Kanumilli, P., De Munck, J., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2005). “Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials.” *Dental materials official publication of the Academy of Dental Materials*, 21(9), 864–881. doi:10.1016/j.dental.2005.02.003
- Ralph Rawls, H., Teixeira, E. C., & Wang, Q. (2013). “Bonding and bonding agents.” *Phillips’ science of dental materials* (12th ed.). St. Louis, Mo.: Elsevier/Saunders, c2013.
- Reis, A., Oliveira, M.T, Giannini, M., De Goes, M.F e Rueggeberg, F.A. (2003) “The effect of organic solvents on one-bottle adhesives bond strength to enamel and dentin”, *Operative Dentistry*, 32(4), pp. 380-387.
- Sano, H., Takatsu, T., Ciucchi, B., Russel, C.M e Pashley, D.H. (1995) “Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin”, *Journal of Dental Research* 74(4), pp. 1093-1102.
- Sattabanasuk, V., Vachiramon, V., Qian, F., Armstrong, S. (2007) “Resin-dentin bond strength as related to different surface preparation methods”, *Journal of Dentistry* 35, pp.467-475.
- Scherrer, S. S., Cesar, P. F., e Swain, M. V. (2010). “Direct comparison of the bond strength results of the diferente test methods: a critical literature review.” *Dental Materials*, 26(2), e78-e93. doi: 10.1016/j.dental.2009.12.002
- Sezinando, A., Perdigão, J., & Regalheiro, R. (2012). “Dentin bond strengths of four adhesion strategies after thermal fatigue and 6-month water storage.” *Journal of*

*esthetic and restorative dentistry: official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry ... [et al.], 24(5), 345–55. doi:10.1111/j.1708-8240.2012.00531.x*

Silva e Souza Junior, M., Carneiro, K., Lobato, Marcelo., Silva e Souza, P., Góes, M. (2010) “Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use” *J. Appl. Oral. Sci.* 18(3) pp.207-14

Swift, E. J., Perdigão J., Heymann H. O. (1995). Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995, *Quintessence International*, 26 (2), pp. 95-110.

Tay, F.R., Sano, H., carvalho, R., Pashley, E.L. e Pashley, D.H. (2000) “An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin”, *Journal of Adhesive Dentistry*, 2(2), pp. 83-98.

Torii, Y., Itou., K., Nishitani, Y., Ishikawa, K. e Susuki., K. (2002) “Effect of phosphoric acid etching prior to self-etching primer application on adhesive of resin composite to enamel and dentin”. *American Journal of Dentistry*. 15(5). Pp. 305-308.)

Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G. (1998) “The clinical performance of adhesives.” *J Dent.* 26(1). pp.1-20.

Van Meerbeek, B., De Munck J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P. e Vanherle, G. (2003). “Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges”, *Oper. Dent.*, 28(3), pp. 215-35.

Van Meerbeek, B., Inoue, S., Perdigão, J., Lambrechts, P. e Vanherle, G. (2006). Enamel and dentin adhesion. In J. B. Summitt, J. W. Robbins, R. S. Schwartz (Eds.), *Fundamentals of operative dentistry: a contemporary approach* (pp. 178-235). 3ª edição. Illinois, USA: *quintessence books*.

- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., De Munck, J. e Van Landuyt, K. L. (2011). State of the art of self-etch adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 17-28. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.023
- Yoshida, Y., Nagakane, K., Fukuda, R., Nakayama, Y., Okazaki, M., Shintani, H., Inou, S., Tagawa, Y., Suzuki, K., De Munk, J. e Van Meerbeek B. (2004) "Comparative study on adhesive performance of functional monomers", *Journal of Dental Research*, 83(6), pp.454-458.

